



2020

# Módulo IV. Montajes comunes en las prácticas de laboratorio

Elaborado por:  
Sandra Milena Bonilla Castañeda  
Kiara Jaidine Gutiérrez Quiceno  
Francy Julieth Osorio Vélez  
María Victoria Sánchez Escobar

Escuela de Tecnología Química  
Universidad Tecnológica de Pereira



## Tabla de contenido

<b>Introducción .....</b>	<b>4</b>
<b>1. Determinación de constantes físicas.....</b>	<b>4</b>
Punto de fusión.....	5
Punto de ebullición .....	7
<b>2. Métodos de separación .....</b>	<b>10</b>
Destilación simple.....	10
Destilación fraccionada .....	20
<b>3. Montajes de extracción.....</b>	<b>23</b>
Extracción Soxhlet.....	23
Extracción por arrastre con vapor .....	28
<b>4. Montajes de la Maestría en Ciencias Químicas .....</b>	<b>31</b>
Montaje Extracción – Destilación simultánea Likens - Nickerson .....	31
Montaje de Hidrodestilación .....	33
Montaje de Extracción Líquido – Líquido .....	37
<b>5. Montajes de síntesis .....</b>	<b>37</b>
Montaje de Reflujo.....	37
<b>Bibliografía .....</b>	<b>40</b>

## Índice de figuras

<b>Figura 1.</b> Detalle del montaje para la determinación del punto de fusión con el método de Thiele .....	6
<b>Figura 2.</b> Detalle método de Siwoloboff para punto de ebullición .....	9
<b>Figura 3.</b> Detalle método de Siwoloboff para determinar el punto de ebullición .....	9
<b>Figura 4.</b> a) Mangueras del condensador conectadas incorrectamente: observe que el agua no llena la camisa del condensador (como se indica con la flecha pequeña), b) Mangueras del condensador conectadas correctamente.....	11
<b>Figura 5.</b> a) Mangueras del condensador apuntando hacia abajo: observe el pequeño bolsillo por donde el agua no circula, b) Mangueras hacia arriba.....	12
<b>Figura 6.</b> Montaje de destilación simple.....	12
<b>Figura 7.</b> a) Matraz y adaptador de tres vías, b) Fijación del accesorio de goma al adaptador del termómetro, c) Forma correcta de insertar el termómetro, d) Forma incorrecta (el termómetro se romperá), e) Pieza ensamblada del termómetro. ....	13
<b>Figura 8.</b> a) Conexión de una abrazadera de plástico para asegurar una junta, b) Sujeción incorrecta: no se debe utilizar una abrazadera de plástico para conectar el matraz de destilación al adaptador de tres vías (como se indica con la flecha), c) Posición correcta del termómetro en el adaptador de tres vías, d) Preparación del condensador.....	14
<b>Figura 9.</b> a) Conexión del condensador al adaptador de tres vías (con la flecha apuntando a la junta que necesita ser muy segura por razones de seguridad), b) Fijación de las mangueras de agua al fregadero con cinta de laboratorio, c) Fijación del adaptador de vacío y del matraz receptor.....	15
<b>Figura 10.</b> Configuración completa de la destilación simple .....	16
<b>Figura 11.</b> Destilación activa. La flecha indica la junta que necesita ser asegurada para prevenir el fuego.....	17
<b>Figura 12.</b> Ascensión gradual del anillo de vapor (apuntado con una flecha en cada momento), para sumergir el termómetro. Nota: no todos los compuestos se comportan de esta manera.....	18
<b>Figura 13.</b> a) Levantar el matraz para que se enfríe, b) Enfriar en un baño de agua del grifo .....	19
<b>Figura 14.</b> a) Montaje de Destilación simple con probeta graduada, b) Montaje con probeta graduada sumergida en un baño de hielo, c) Destilación con adaptador Claisen, d) Fijación de un tubo de secado.....	20
<b>Figura 15.</b> Montaje de destilación fraccionada .....	21
<b>Figura 16.</b> a) Extracción del tapón de lana de vidrio de una columna de fraccionamiento con perlas, b) Aislamiento de la columna con lámina, c+d) Condensación en las perlas de una columna de fraccionamiento. ....	21

<b>Figura 17.</b> Inundación de una columna de fraccionamiento.....	<b>22</b>
<b>Figura 18.</b> Extracción con Soxhlet en el momento en que se produce el sifonamiento del solvente .....	<b>24</b>
<b>Figura 19.</b> Cartucho de alúmina .....	<b>25</b>
<b>Figura 20.</b> Calentador múltiple con seis equipos de extracción .....	<b>27</b>
<b>Figura 21.</b> Montaje de extracción por arrastre con vapor.....	<b>29</b>
<b>Figura 22.</b> Montaje de extracción por arrastre con vapor de la Maestría en Ciencias Químicas.....	<b>31</b>
<b>Figura 23.</b> Varias Modificaciones del aparato DES. ....	<b>32</b>
<b>Figura 24</b> Montaje de extracción- destilación simultanea Likens - Nickerson de la Maestría en Ciencias Químicas.....	<b>33</b>
<b>Figura 25.</b> Equipo Clevenger en vidrio Pyrex .....	<b>34</b>
<b>Figura 26.</b> Montaje de hidrodestilación con equipo Clavenger de la Maestría en Ciencias Químicas .....	<b>35</b>
<b>Figura 27.</b> Montaje Extracción Líquido – Líquido continua de la Maestría en Ciencias Químicas.....	<b>37</b>
<b>Figura 28.</b> Montaje de reflujo .....	<b>38</b>

## MÓDULO IV: MONTAJES COMUNES EN LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

### INTRODUCCIÓN

En las prácticas de laboratorio de química se realizan diversos montajes, los cuales son necesarios, para determinar constantes físicas, realizar separaciones de mezclas o extracciones de compuestos de interés, también la síntesis de compuestos; todas estas técnicas son de gran importancia en la química; por esto es fundamental conocer cada componente de los montajes y cómo se realizan estos; teniendo en cuenta siempre las normas de seguridad y las precauciones que requiere cada montaje.

De acuerdo con esto, el propósito de este módulo es presentar de manera concisa cómo se realiza cada montaje para las actividades que se llevan a cabo en el laboratorio, cada uno con una serie de precauciones claves. Al ser utilizados estos métodos de control, el objetivo es garantizar la integridad física y evitar accidentes de los estudiantes, docentes e investigadores que realizan diferentes actividades en estas áreas.

#### 1. Determinación de constantes físicas:

Los puntos de fusión y ebullición indican la temperatura en la cual se produce un cambio en el estado de agregación de una sustancia pura. Desde el punto de vista termodinámico, el estado de agregación de un elemento o compuesto depende de la cantidad de energía que posee dicho elemento o compuesto.

Cuando la sustancia tiene una cantidad baja de energía, su estado de agregación es sólido, a medida que la sustancia recibe energía de sus alrededores, los átomos o moléculas de esta comienzan a almacenarla.

Si este proceso prosigue, llega un momento en el cual la interacción entre las partículas cambia, e inicia el proceso de transición de fase sólido a fase líquida.

Esta transición consume energía, así que la temperatura de la sustancia en cuestión no va a aumentar hasta que la última partícula (átomo o molécula) haya cambiado de fase. Por esta razón, se dice que este proceso es isotérmico.

Cuando la última molécula o el último átomo cambia de fase, si se sigue suministrando energía, se observará un aumento en la temperatura.

Este aumento seguirá hasta que se inicia el cambio de fase líquida a fase vapor o gas, el cual también es un proceso isotérmico y que finalizará cuando toda la sustancia haya cambiado de fase.

Dichos puntos de fusión y ebullición son característicos de una sustancia pura y ayudan en su identificación, así como conocer su pureza y fueron los primeros métodos que se emplearon para distinguir y clasificar los compuestos puros que se descubrían a medida que avanzaba el estudio en los campos de la química orgánica e inorgánica.

En la actualidad se disponen de métodos de análisis más avanzados y complejos, que permiten una rápida e inequívoca caracterización de una sustancia, sin embargo, la

sencillez y efectividad de la determinación de los puntos de fusión y ebullición al momento de identificar una sustancia sigue siendo de utilidad en diversos campos de la química y la industria. [1]

## 1.1 Punto de fusión

El método de Thiele es una técnica de laboratorio que permite estimar el punto de fusión de una sustancia pura de manera sencilla con una buena precisión.

En el caso del punto de fusión, la sustancia pasa de estado sólido a estado líquido cuando se le agrega energía.

El método de Thiele es una técnica sencilla para la determinación del punto de fusión de manera rápida en cualquier laboratorio con equipos sencillos.

### Fundamentación teórica del punto de fusión

Para una sustancia pura el rango del punto de fusión no debe pasar de 0,5 a 1,0 °C o funde con descomposición en no más de un grado centígrado. Si el rango de fusión es mayor, se debe a varios factores como la pureza (es necesario recristalizarla en un solvente apropiado y determinar de nuevo su punto de fusión).

También si la muestra se calienta rápidamente y la velocidad de dilatación del mercurio (en el termómetro) es menor que la velocidad de ascenso de la temperatura en la muestra. Por último, si se tiene mucha sustancia como muestra en el sistema de determinación del punto de fusión.

Algunas sustancias orgánicas como, aminoácidos, sales de ácidos, aminas y carbohidratos funden descomponiéndose en rangos grandes de temperatura siendo puros. Cuando esto sucede es muy difícil determinar el punto de fusión. Por ello para estas sustancias se recomienda efectuar el calentamiento previo del sistema a unos 10°C por debajo de su valor de fusión e introducir la sustancia y calentar cuidadosamente.

Por otro lado, para aquellas sustancias que tienen punto de ebullición bajo cero y, se puede utilizar un baño refrigerante (hielo seco, hielo con sal, etc). Una vez solidificada la sustancia, se extrae y se observa el ascenso del termómetro hasta determinar el valor de temperatura cuando la sustancia recupera nuevamente su estado líquido. A veces, cuando la sustancia no está lo suficientemente pura, la congelación puede presentar dificultades.

### Método de Thiele

El método de Thiele es basado en la observación del fenómeno de fusión de una pequeña cantidad de la sustancia que se está analizando, por esta razón, es necesario controlar la cantidad de sólido que se coloca en el capilar para que sea lo suficientemente significativa para ser observada a través del aceite, pero bastante

pequeña para que el cambio de fase de sólido a líquido sea casi instantáneo y se pueda determinar la temperatura de fusión con gran precisión.

El método fue desarrollado por Johannes Thiele, químico alemán pionero en el análisis orgánico, y emplea un aparato de vidrio de forma triangular, llamado tubo de Thiele, que permite que la temperatura del aceite que se emplea para la técnica sea igual en todo su volumen, y caliente la muestra de manera uniforme.

### Procedimiento

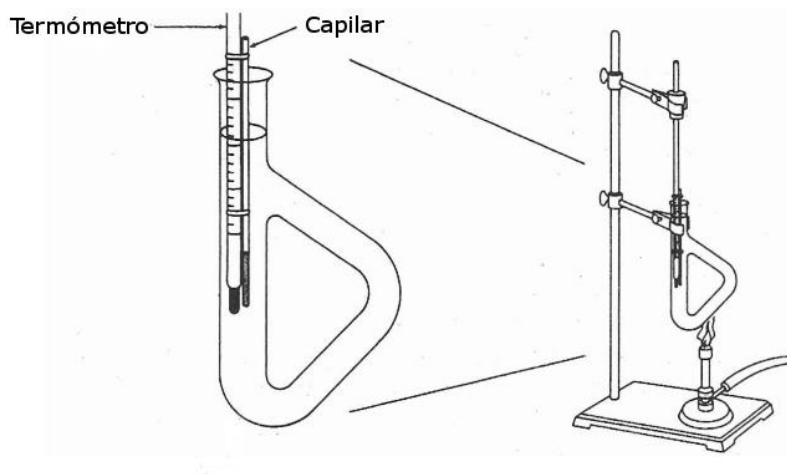
Tome un capilar de vidrio (suministrado en el laboratorio) y sellarlo por un extremo utilizando el mechero Bunsen. Para sellarlo, se toma de un extremo y el otro se acerca a la llama del mechero Bunsen en la zona más caliente, debe girarse sobre sí mismo de manera constante para crear un sello uniforme, retirar de la llama y observar si el capilar se ha sellado. Dejar enfriar.

Si la muestra a examinar es muy gruesa, esta debe ser pulverizada empleando un mortero y mano.

Tomar una pequeña porción de la muestra colocando la boca abierta del capilar en el polvo obtenido de la muestra de manera vertical. Enderezar el capilar y agitar suavemente para llevar la muestra al fondo.

Si la cantidad no es visible, agregar un poco más. La cantidad debe ser suficiente para observar la fusión a simple vista. El capilar con la muestra debe ser fijado al termómetro con la ayuda de un alambre de cobre (PRECAUCIÓN, no ejercer mucha fuerza ya que puede romper el capilar o el termómetro)

Realizar el montaje indicado. Llenar el tubo de Thiele hasta  $\frac{3}{4}$  partes con aceite mineral e introducir el montaje termómetro-capilar de tal forma que el capilar quede cubierto  $\frac{3}{4}$  partes por aceite mineral. Todas las piezas del montaje deben estar secas previamente para evitar salpicaduras del aceite al iniciar el calentamiento.



**Figura 1.** Detalle del montaje para la determinación del punto de fusión con el método de Thiele. [1]

Iniciar el calentamiento del sistema, se debe controlar el ascenso de temperatura observando la muestra, cuidando que no se sobrecaliente el sistema. Observar el sólido dentro del capilar mientras se monitorea la temperatura (es ideal realizar el ensayo entre dos personas, uno observa la sustancia mientras el otro observa la temperatura). Cuando haya fundido la sustancia, se lee la temperatura registrada en el termómetro.

Dejar enfriar el sistema y extraer el conjunto termómetro – capilar. Anotar todos los valores de temperatura obtenidos y cualquier observación adicional.

### **Recomendaciones de seguridad**

Todos los elementos del montaje deben estar secos antes de aplicar el aceite mineral, de lo contrario, al calentarse pueden presentarse proyecciones del aceite mineral caliente. Se debe controlar el aumento de la temperatura del sistema para que sea constante pero no muy rápido. Manejar con cuidado los elementos calientes (el vidrio caliente tiene el mismo aspecto que el vidrio frío)

En todo momento se deben utilizar los elementos de seguridad básicos en el laboratorio de química (bata de laboratorio, guantes, gafas de seguridad y demás que sean exigidos por las normas internas, locales o nacionales. Los residuos generados por la práctica deben ser dispuestos de manera adecuada según las normas de laboratorio y las normas locales y nacionales respectivas. [1]

## **1.2 Punto de ebullición**

El punto de ebullición es la temperatura a la cual se genera un cambio de líquido a vapor y se determina con el método de Siwoloboff.

En el caso del punto de fusión, la sustancia pasa de estado sólido a estado líquido cuando se le agrega energía. Si se sigue agregando energía al sistema, se producirá un aumento paulatino de la temperatura hasta alcanzar el punto de ebullición, donde la sustancia pasa de estado líquido a estado vapor.

### **Corrección del punto de ebullición por presión atmosférica**

El método de Siwoloboff tiene como fundamento el equilibrio entre la presión de vapor del líquido que se está midiendo con la presión atmosférica del lugar.

Este equilibrio se alcanza en la temperatura de ebullición del líquido, por esta razón, el punto de ebullición medido depende de la presión atmosférica del sitio donde se realiza el experimento.

Los líquidos puros de sustancias polares tienen puntos de ebullición más altos que los no polares de pesos moleculares semejantes.



Por ejemplo, el etanol hierve a 78,8°C, comparado con el éter metílico (sustancia polar no asociado) que lo hace a -23,7 °C, el propano (sustancia no polar, no asociada) ebulle a -42,1°C.

El punto de ebullición se ve fuertemente afectado por la presión atmosférica, en el caso que se haga la medición en un lugar donde no se cumpla las condiciones estándar, se puede realizar una corrección utilizando la ecuación de Sydney – Young:

$$\Delta T_{eb} = K_{SY} (760 - P) * (273,15 + T_0)$$

Donde:

$\Delta T_{eb}$  Corrección a efectuar al valor experimental

$T_0$  Temperatura medida

$P$  Presión atmosférica ambiental (mm Hg)

$K_{SY}$  Constante de Sydney-Young

Si las presiones se indican en milímetros de mercurio (mm Hg) y las temperaturas en grados Celsius (°C), los valores de la constante de Sydney – Young son, dependiendo de la polaridad del líquido, 0,00012 para líquidos polares y 0,00010 para líquidos no polares.

Otra alternativa para hacer la corrección de la temperatura de ebullición es el uso de monogramas de presión como el mostrado a continuación.

En el extremo derecho hay una escala donde se ubicará la temperatura de ebullición leída experimentalmente y al extremo izquierdo una escala alterada de presión, donde se ubicará la presión del sitio de experimentación. Trazando una línea recta entre estos dos puntos se podrá ubicar la temperatura corregida en la escala intermedia del gráfico.

### **Procedimiento del método de Siwoloboff**

Tome un capilar de vidrio (suministrado en el laboratorio) y sellarlo por un extremo utilizando el mechero Bunsen. Para sellarlo, se toma de un extremo y el otro se acerca a la llama del mechero Bunsen en la zona más caliente, debe girarse sobre sí mismo de manera constante para crear un sello uniforme, retirar de la llama y observar si el capilar se ha sellado. Dejar enfriar.

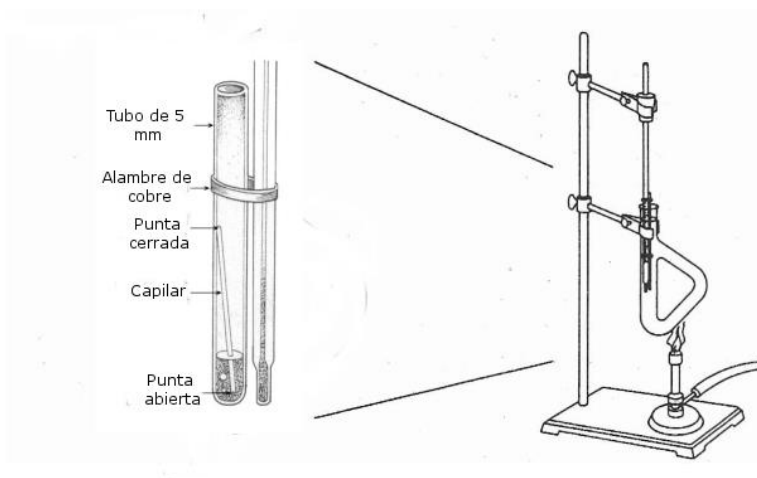
Tomar el termómetro y fijar el tubo de vidrio pequeño a su costado como lo muestra la figura. El tubo debe quedar firmemente atado al termómetro, pero se debe evitar emplear demasiada fuerza para no romper ni el tubo de vidrio ni el termómetro.



**Figura 2.** Detalle método de Siwoloboff para punto de ebullición. [2]

Con la ayuda de una pipeta Pasteur, colocar aproximadamente 0,5 mL del líquido a medir y posteriormente colocar el capilar dentro del tubo con el extremo abierto sumergido en el líquido.

Realizar el montaje indicado. Llenar el tubo de Thiele hasta  $\frac{3}{4}$  partes con aceite mineral e introducir el montaje termómetro-tubo-capilar de tal forma que el tubo quede cubierto  $\frac{3}{4}$  partes por aceite mineral y que el aceite no entre dentro de él. Todas las piezas del montaje deben estar secas previamente para evitar salpicaduras del aceite al iniciar el calentamiento.



**Figura 3.** Detalle método de Siwoloboff para determinar el punto de ebullición. [2]

Iniciar el calentamiento del sistema, se debe controlar el ascenso de temperatura observando la muestra, cuidando que no se sobrecaliente el sistema. Observar el líquido dentro del tubo de vidrio mientras se monitorea la temperatura (es ideal

realizar el ensayo entre dos personas, uno observa la sustancia mientras el otro observa la temperatura).

Observar el extremo inferior del capilar sumergido en el líquido, calentar hasta que se observa un flujo de continuo de burbujas saliendo del extremo abierto del capilar (rosario de burbujas).

Cuando se observe este fenómeno, se debe suspender el calentamiento y mantener la observación sobre el sistema. En el momento en que el líquido entre y comience a ascender a través del capilar, se debe anotar la temperatura indicada en el termómetro, este va a ser el valor de la temperatura de ebullición del líquido.

Dejar enfriar el montaje, retirar el conjunto termómetro-tubo-capilar.

### **Recomendaciones de seguridad**

Todos los elementos del montaje deben estar secos antes de aplicar el aceite mineral, de lo contrario, al calentarse pueden presentarse proyecciones del aceite mineral caliente. Se debe controlar el aumento de la temperatura del sistema para que sea constante pero no muy rápido. Manejar con cuidado los elementos calientes (el vidrio caliente tiene el mismo aspecto que el vidrio frío)

En todo momento se deben utilizar los elementos de seguridad básicos en el laboratorio de química (bata de laboratorio, guantes, gafas de seguridad y demás que sean exigidos por las normas internas, locales o nacionales. Los residuos generados por la práctica deben ser dispuestos de manera adecuada según las normas de laboratorio y las normas locales y nacionales respectivas. [2]

## **2. Métodos de separación**

La destilación es un método clásico de separación. Se aplica a todos los líquidos volátiles y en condiciones ligeramente modificadas a sólidos volátiles. Se usan diferentes métodos de destilación dependiendo del punto de ebullición de los componentes de la mezcla, de la naturaleza de las sustancias a destilar y de su estabilidad térmica; destilación simple, destilación a presión reducida, en corriente de vapor, sublimación y microdestilación.

### **2.1 Destilación simple**

Para realizar un adecuado montaje de destilación simple se deben observar ciertas recomendaciones y consejos para hacerlo de manera segura y obtener un producto con la pureza deseada.

#### **Montaje y manejo de condensadores**

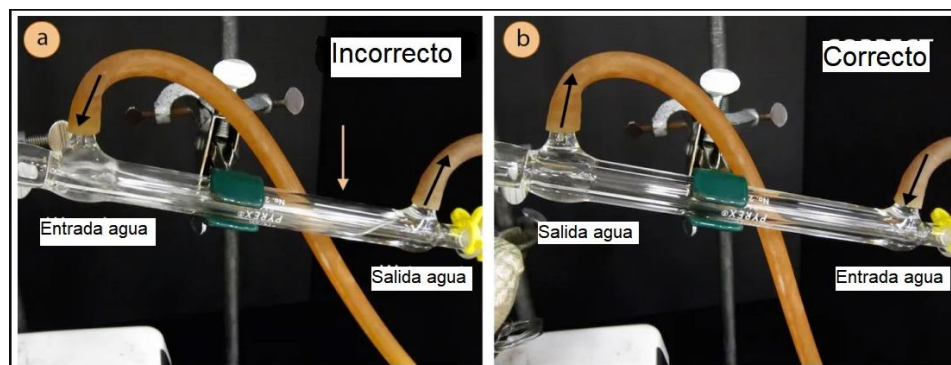
El condensador es una pieza intrincada de cristalería, y permite que el agua fría circule a través del aparato de destilación. El agua en circulación no se mezcla con

la muestra a purificar, sino que pasa a través de otro compartimiento o camisa que rodea el tubo hueco por donde viaja la muestra en fase vapor.

Es importante que la camisa de agua esté llena de agua fría, para maximizar la eficiencia de condensación de la muestra gaseosa. Es por esta razón que las mangueras de agua deben estar conectadas al condensador de cierta manera. Una manguera debe conectarse desde el grifo de agua al brazo inferior del condensador, forzando al agua a desplazarse contra la gravedad a través del condensador (esto se muestra correctamente en la figura 4).

La manguera que conecta el brazo superior del condensador debe entonces drenar al fregadero. Al forzar el agua cuesta arriba, llenará completamente el condensador. Las mangueras están conectadas incorrectamente en la imagen al lado izquierdo, con agua fluyendo hacia la parte superior del brazo del condensador.

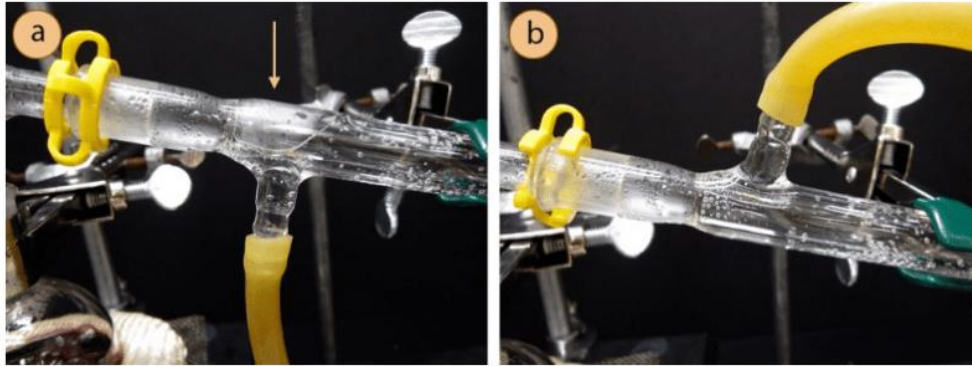
Con un flujo de agua cuesta abajo, sólo la parte inferior del condensador se llena con el agua circulante, lo que conduce a un enfriamiento ineficiente del vapor que viaja a través del tubo interior.



**Figura 4. a)** Mangueras del condensador conectadas incorrectamente: observe que el agua no llena la camisa del condensador (como se indica con la flecha pequeña), **b)** Mangueras del condensador conectadas correctamente. [3]

Si las mangueras del condensador apuntan hacia arriba o hacia abajo parece ser una elección personal, ya que hay ventajas y desventajas en ambas orientaciones. Cuando las mangueras apuntan hacia abajo, hay una pequeña porción del condensador que no se llena con agua de enfriamiento (Ver figura 5), pero el efecto es probablemente mínimo.

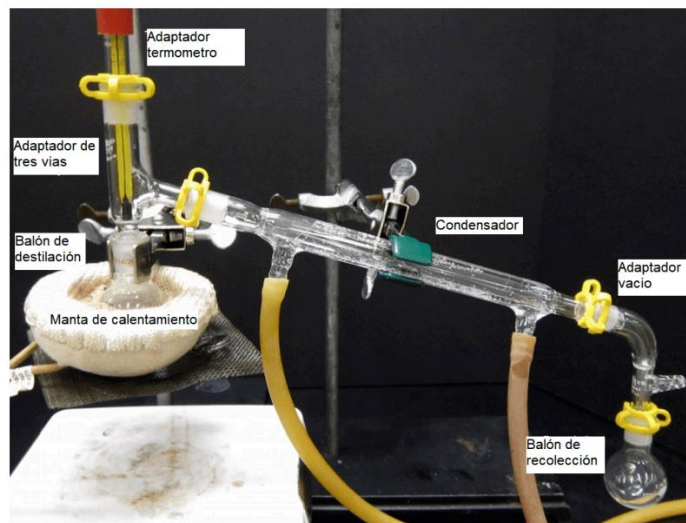
Cuando las mangueras apuntan hacia arriba, a veces hay una tendencia a que las mangueras se doblen y se desprendan, rociando agua por todo el laboratorio (esto a veces se puede evitar asegurando el cable alrededor de las uniones de las mangueras). Se puede aplicar un juicio personal para determinar si las mangueras del condensador apuntan hacia arriba o hacia abajo.



**Figura 5. a)** Mangueras del condensador apuntando hacia abajo: observe el pequeño bolsillo por donde el agua no circula, **b)** Mangueras hacia arriba. [3]

### Procedimiento de la destilación simple

En la siguiente imagen se muestra un aparato de destilación simple montado. El montaje de este complicado aparato se muestra en esta sección pieza por pieza. La cristalería usada para este aparato es bastante cara, y sin duda su instructor apreciará que se tenga cuidado al usar este experimento.



**Figura 6.** Montaje de destilación simple. [3]

### Ensamblado del montaje de destilación simple

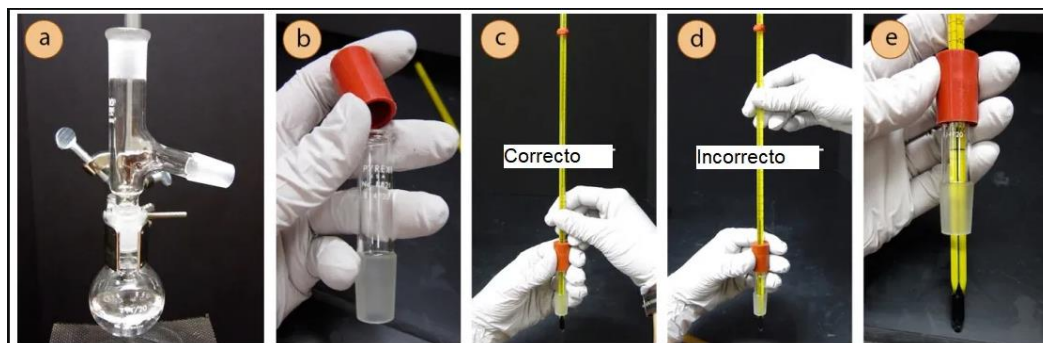
Para visualizar mejor el montaje, puede ser útil colocar primero la cristalería sobre la mesa de trabajo antes de ensamblar las piezas (Ver figura 6, lado izquierdo).

Verter el líquido a destilar en un balón de fondo redondo, procurando no verter líquido sobre la junta esmerilada de vidrio. Si cae líquido sobre la junta, límpiela. Alternativamente, utilice un embudo para asegurarse de que no haya líquido en la articulación, lo que a veces puede hacer que ésta se congele o quede atascada.

Lo ideal es que el matraz o balón esté lleno entre un tercio y la mitad del líquido que se va a destilar. Si el matraz está más de la mitad lleno, será difícil controlar la ebullición. Si está menos de un tercio lleno, la recuperación puede verse comprometida, ya que se requiere una cantidad de vapor para llenar el balón que no se destilará (esto se denomina “volumen de retención”, y más tarde se condensa cuando el matraz se enfría).

Agregue algunas piedras de ebullición o una barra de agitación magnética a la solución para evitar que se agite de forma descontrolada durante el calentamiento.

Utilice una pinza de extensión metálica para fijar el balón de fondo redondo que contiene la muestra al soporte universal a una altura mínima de 10 centímetros por encima de la mesa de trabajo (para dejar espacio a la fuente de calor). La abrazadera debe sujetar firmemente la junta debajo de la protuberancia del vidrio en el matraz (Ver Imagen 6, costado derecho)

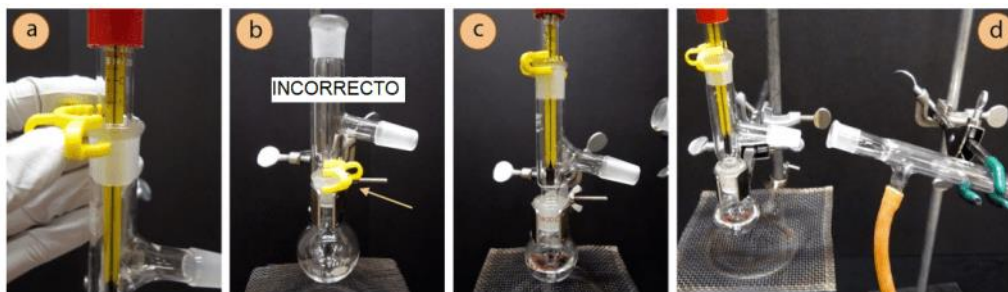


**Figura 7.** a) Matraz y adaptador de tres vías, b) Fijación del accesorio de goma al adaptador del termómetro, c) Forma correcta de insertar el termómetro, d) Forma incorrecta (el termómetro se romperá), e) Pieza ensamblada del termómetro. [3]

Colocar un adaptador de tres vías (o “adaptador de destilación”) en el balón de fondo redondo (Figura 7a). Si utiliza grasa en las juntas esmeriladas de vidrio, engrase ligeramente todas las juntas.

Coloque un accesorio de goma en la parte superior de un adaptador para termómetro (un tubo cilíndrico, Figura 7c) estirándolo sobre el vidrio. Luego inserte delicadamente un termómetro en el orificio del accesorio de goma.

Nota de seguridad: Mientras inserta el termómetro, coloque las manos cerca de la articulación (Figura 7d), no lejos de la articulación o puede romperse. En la última figura 7e, se muestra un adaptador de termómetro preparado con un termómetro insertado.



**Figura 8. a)** Conexión de una abrazadera de plástico para asegurar una junta, **b)** Sujeción incorrecta: no se debe utilizar una abrazadera de plástico para conectar el matraz de destilación al adaptador de tres vías (como se indica con la flecha), **c)** Posición correcta del termómetro en el adaptador de tres vías, **d)** Preparación del condensador. [3]

Conecte el adaptador del termómetro al adaptador de tres vías, asegurando la unión con un clip de plástico (o clip Keck™, el clip amarillo de la Figura 8a). El clip es direccional, y si no se encaja fácilmente, es probable que esté al revés. Compruebe que el clip no esté roto y, si lo está, reemplácelo.

No se debe utilizar un clip de plástico para conectar el balón de fondo redondo al adaptador de tres vías (Figura 8b) por dos razones. Primero, esta es una de las partes más calientes del aparato, y podría causar que el plástico se derrita (especialmente si el compuesto tiene un punto de ebullición alto o se usa una fuente de calor fuerte).

En segundo lugar, un clip de plástico en esta ubicación interfiere con un agarre seguro de la abrazadera de extensión metálica. Se necesita una abrazadera segura en el matraz para mantener la integridad del sistema mientras se baja la fuente de calor al final de la destilación.

Ajuste el termómetro de modo que la punta de este quede justo debajo del brazo del adaptador (Figura 8c). Si el bulbo está demasiado alto, no registrará la temperatura correcta de los vapores mientras giran hacia el condensador.

Preparar el condensador: inspeccionar dos mangueras de goma y cortar con unas tijeras las partes agrietadas de las mangueras si hubiese. Mojar los extremos de dos mangueras usando el grifo o sumergiéndolos en un vaso de agua, luego introducir los extremos húmedos en las dos bocas en el condensador. Las mangueras deben encajar en las bocas del condensador a una distancia superior a un centímetro, de lo contrario, la presión del agua puede hacer que se desprendan.

Use otra abrazadera para asegurar el condensador al soporte universal (no tan apretado o puede agrietarse), y coloque el condensador aproximadamente en el lugar donde estará eventualmente, con un ángulo ligeramente hacia abajo (Figura 8d).



**Figura 9. a)** Conexión del condensador al adaptador de tres vías (con la flecha apuntando a la junta que necesita ser muy segura por razones de seguridad), **b)** Fijación de las mangueras de agua al fregadero con cinta de laboratorio, **c)** Fijación del adaptador de vacío y del matraz receptor. [3]

Conectar el condensador al resto del aparato (Figura 9a); esta es probablemente la parte más difícil del conjunto de la destilación. Mientras mantiene el brazo de la abrazadera conectado al condensador, afloje ligeramente la fijación de la abrazadera al soporte del anillo o a la rejilla para que pueda girar en todas las direcciones.

A continuación, mueva el condensador hacia el adaptador de tres vías, sujetando la abrazadera cerca del soporte del anillo. Cuando las dos articulaciones se conectan en una combinación perfecta, asegúrelas con un clip de plástico (¡no debe romperse!), y luego apriete las abrazaderas fijadas al soporte de anillos.

Ajustar las abrazaderas y la altura del condensador para que el termómetro quede perfectamente vertical en el aparato. Un aparato de destilación inclinado a veces refluye en lugar de destilar (donde el gas se condensa y gotea de nuevo en el matraz de destilación).

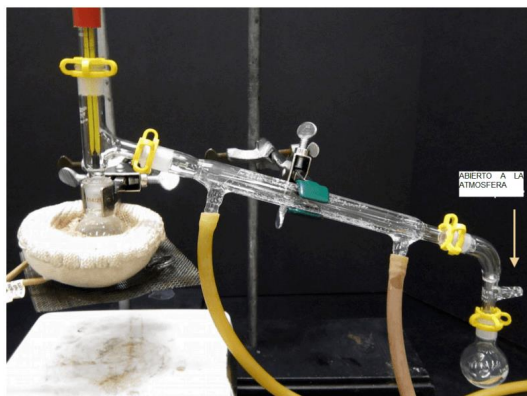
**Nota de seguridad: Asegúrese de que haya una conexión segura entre el matraz de destilación y el adaptador de tres vías (como se indica en la figura 9a). Esta conexión puede ser reforzada por un fuerte agarre en el condensador. Si hay una abertura entre el matraz de destilación y el adaptador, los vapores pueden escapar. Al estar tan cerca de la fuente de calor, los vapores tienen el mayor potencial de encenderse en este lugar si son inflamables.**

Conecte la manguera de goma conectada al brazo inferior del condensador al grifo de agua y deje que la manguera conectada al brazo superior del condensador drene hacia el fregadero. Las mangueras pueden apuntar hacia arriba o hacia abajo. Si la manguera de drenaje apenas llega al fregadero, asegúrela con cinta de laboratorio (Figura 9b) para que no salpique la mesa.

Conecte un adaptador de vacío al extremo del condensador con un clip de plástico. A continuación, utilice otro clip para conectar un matraz de fondo redondo (matraz o balón receptor) que tenga suficiente volumen para contener la cantidad de destilado esperada (Figura 9c). Las variaciones en los matraces receptores se muestran más adelante.



En la imagen 10 se muestra un aparato de destilación completo. Ninguna pieza debe ser capaz de moverse o no estar bien sujeta. Aunque puede parecer un sistema cerrado (que sería peligroso calentar), el sistema está abierto a la atmósfera gracias a el adaptador de vacío.



**Figura 10.** Configuración completa de la destilación simple. [3]

### **Preparar la fuente de calor debajo del balón**

Los mantos calefactores, los baños de aceite y las pistolas de calor son fuentes de calor recomendadas para la destilación. Los quemadores Bunsen no se recomiendan para su uso con compuestos orgánicos volátiles, pero pueden ser usados en algunas situaciones a discreción.

Colocar la fuente de calor debajo del matraz, utilizando una plataforma ajustable que permita algún mecanismo por el cual el calor pueda ser bajado y removido al final de la destilación. Una abrazadera de anillo o anillo con nuez y una malla de alambre es una buena alternativa para sostener un manto calefactor o un baño de aceite debajo del balón.

### **Iniciando la destilación**

Cuando esté listo para comenzar la destilación, comience a circular agua en el condensador. El flujo de agua debe ser más que un goteo, pero no debe ser tan fuerte que la manguera se caiga por la alta presión del agua.

Dado que es tan importante, compruebe una vez más que exista una conexión segura entre el balón de destilación y el adaptador de tres vías (como se indica en la Figura 11). Si hay una grieta entre el matraz de destilación y el adaptador, los vapores pueden escapar del aparato y posiblemente inflamarse.



**Figura 11.** Destilación activa. La flecha indica la junta que necesita ser asegurada para prevenir el fuego. [3]

Comience a calentar el matraz o balón. Dependiendo del tamaño del matraz y de la temperatura necesaria, el líquido puede comenzar a hervir entre 1 y 20 minutos.

La condensación se verá eventualmente en los lados del frasco, pero la lectura en el termómetro no aumentará hasta que los vapores sumerjan el bulbo del termómetro. No es raro que el líquido hierva mientras el termómetro permanece a temperatura ambiente.

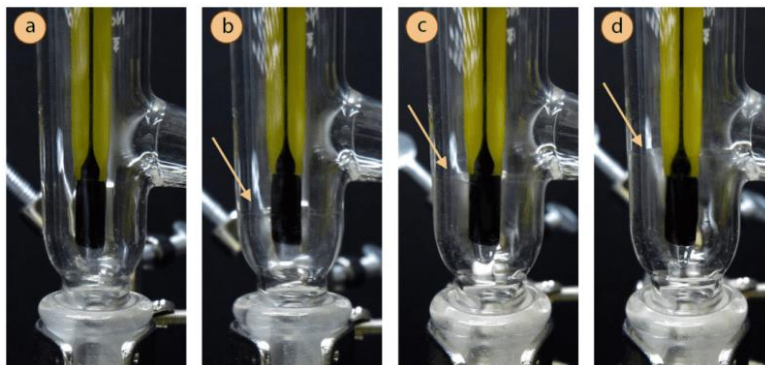
Eventualmente se debe ver la condensación en el adaptador de tres vías, y la temperatura del termómetro aumentará. No todos los compuestos producen gotas visibles (como en la figura 11), pero la condensación puede verse mediante una inspección minuciosa y un movimiento sutil cerca del termómetro.

**Nota de seguridad: ¡Si el punto de ebullición del compuesto es mayor a 75 °C el adaptador de tres vías estará caliente al tacto!**

Eventualmente una gota puede ser vista viajando a lo largo del condensador y el líquido comenzará a acumularse en el frasco receptor.

Una destilación apropiada recoge el destilado a una velocidad de 1 gota por segundo. La destilación a una velocidad demasiado rápida impide un equilibrio adecuado entre las fases líquida y gaseosa, y resulta en una separación deficiente.

Aunque es necesaria una destilación lenta, calentar la solución de tal manera que no gotee nada en el matraz receptor es una pérdida de tiempo. No hay razón para calentar tan gradualmente que nada se destile.



**Figura 12.** Ascensión gradual del anillo de vapor (apuntado con una flecha en cada momento), para sumergir el termómetro. Nota: no todos los compuestos se comportan de esta manera. [3]

### Registrar la temperatura y la presión

Preste atención a la temperatura en el termómetro durante todo el tiempo que el líquido esté destilando. Registre la temperatura cuando se haya estabilizado, o la temperatura más alta que se haya visto. Si sabe que mezcla se está destilando, registre el rango de temperatura sobre el cual el líquido está goteando activamente en el matraz receptor.

El bulbo del termómetro debe estar completamente sumergido en los vapores para registrar una temperatura exacta (Figura 12d). Por lo tanto, la temperatura cercana al principio y al final de la destilación tiende a ser inexacta. Registre únicamente las temperaturas correspondientes a la destilación activa y a la inmersión total del termómetro con vapor.

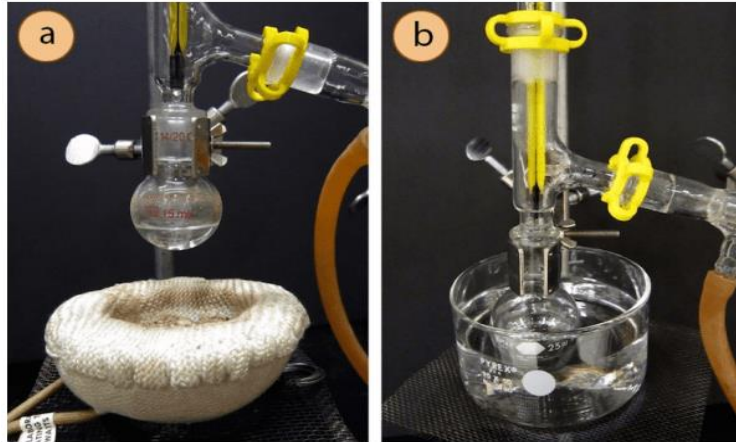
Como los puntos de ebullición dependen tanto de la temperatura, registre también la presión barométrica.

### Deteniendo la destilación

Cese la destilación cuando ocurra una de las siguientes situaciones:

- Si el líquido casi ha desaparecido en el matraz de destilación. **Nota de seguridad:** No es seguro destilar un matraz hasta que se seque, ya que pueden producirse reacciones secundarias cuando los componentes están concentrados. Esto es especialmente peligroso con compuestos que pueden formar peróxidos, ya que pueden volverse explosivos al reaccionar con soluciones concentradas. Además, cuando toda la muestra está en fase gaseosa, el sistema ya no se limita al punto de ebullición del líquido y puede alcanzar temperaturas peligrosas.
- Si la temperatura del termómetro fue más alta durante la destilación, pero ha bajado significativamente. Esto normalmente corresponde a una pausa entre la destilación de dos componentes, y significa que un componente ha completado esencialmente la destilación.

- Si la temperatura del termómetro tiene un pico dramático. Esto normalmente corresponde al comienzo de la destilación de un componente de ebullición más alta, y contaminaría el destilado si se permite que continúe.
- Si ocurre algo sorprendente o inusual, como humo espeso, oscurecimiento/engrosamiento en el matraz de destilación o golpes incontrolables.
- Para detener la destilación, bajar y retirar la fuente de calor del matraz de fondo redondo (Figura 13a).



**Figura 13. a)** Levantar el matraz para que se enfríe, **b)** Enfríar en un baño de agua del grifo. [3]

Mantenga el agua circulando en el condensador hasta que el líquido del matraz de destilación esté caliente al tacto, luego apague el agua del condensador y desensamble el aparato. Después de unos minutos de enfriamiento por aire, el enfriamiento del matraz puede acelerarse por inmersión en un recipiente con agua del grifo (Figura 13b).

### **Variantes de montaje de destilación**

Es común encontrar algunas variaciones de la configuración de montaje de destilación simple:

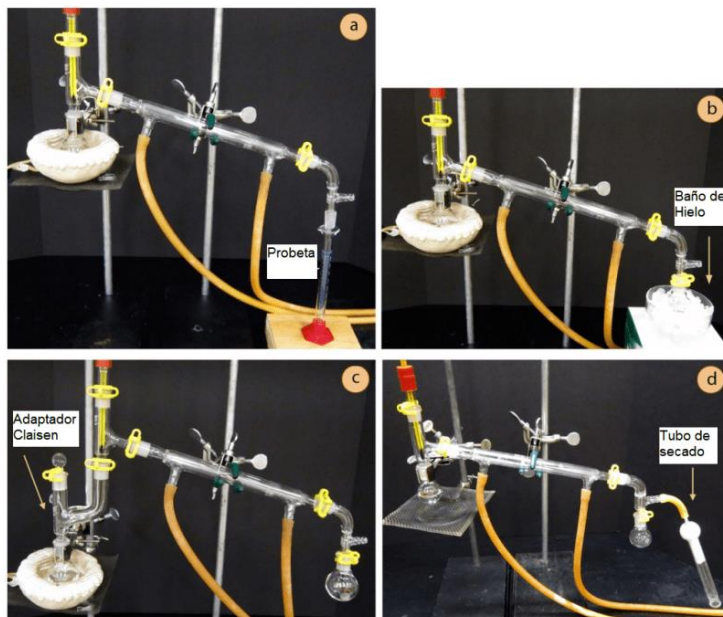
Cuando se desea un cierto volumen de destilado, éste puede recogerse directamente en una probeta graduada (Figura 14a). Este método permite que las probetas sean fácilmente intercambiables, tal vez para el análisis de diferentes fracciones de destilado.

El matraz receptor se sumerge a veces en un baño de hielo (Figura 14b), especialmente cuando el destilado es volátil (tiene un punto de ebullición  $<100^{\circ}\text{C}$ ). Cualquier contenedor puede ser usado para el baño de hielo. Asegúrese de utilizar una combinación de hielo y agua en el baño, ya que el hielo por sí solo no tiene tan buen contacto con el matraz como una mezcla de hielo y agua.

Puede insertarse un adaptador Claisen (Figura 14c) entre el matraz de fondo redondo y el adaptador de tres vías en previsión de formación de espuma o golpes. El adaptador Claisen actúa como un amortiguador, de modo que la actividad incontrolada en el matraz de destilación no se traslada inmediatamente al matraz receptor.

Si la solución hace espuma, el adaptador Claisen proporciona tiempo para ajustar el calor sin arruinar el destilado. Un adaptador Claisen también permite potencialmente más eventos de vaporización-condensación (o placas teóricas).

Para la destilación de materiales sensibles al agua, la cristalería puede secarse al horno o a la llama, y se puede conectar un tubo de secado al adaptador de vacío (Figura 14d). [3]



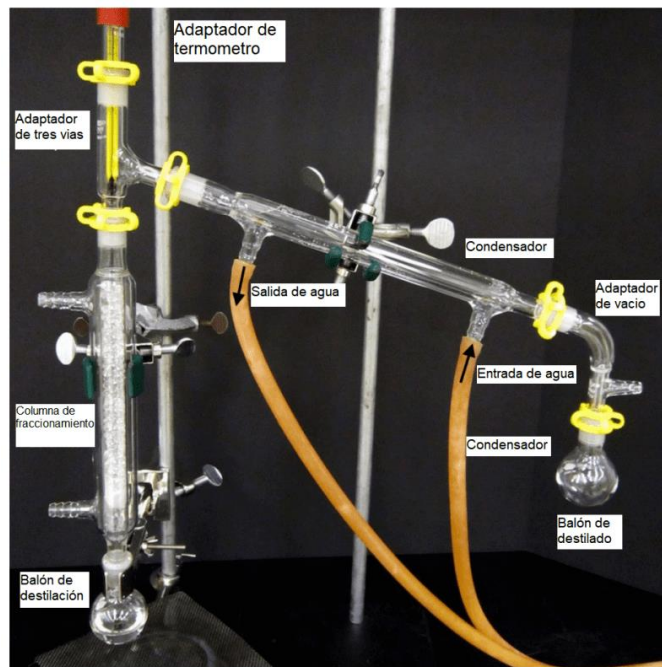
**Figura 14. a)** Montaje de Destilación simple con probeta graduada, **b)** Montaje con probeta graduada sumergida en un baño de hielo, **c)** Destilación con adaptador Claisen, **d)** Fijación de un tubo de secado. [3]

## 2.2 Destilación fraccionada

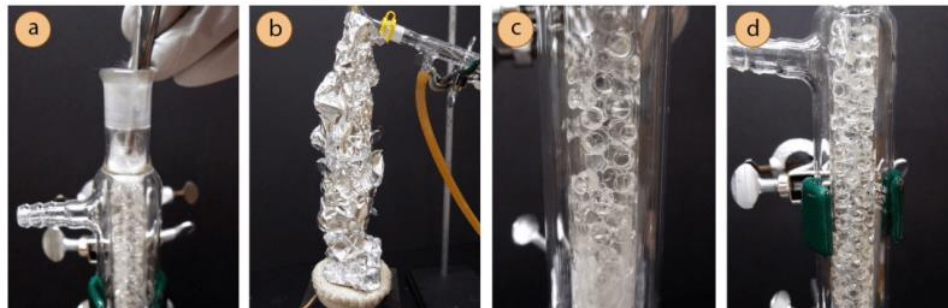
El montaje de un sistema de destilación fraccionada es similar al de una destilación simple con la inclusión de la columna de fraccionamiento.

En la Figura 15 se muestra un aparato de destilación fraccionada ensamblado, utilizando perlas de vidrio en la columna de fraccionamiento, aunque se pueden emplear cualquiera otra columna de cualquier tipo.

Es aconsejable que se revise el artículo sobre el montaje de destilación simple para familiarizarse con este tipo de montajes, además se describirán las diferencias entre destilación simple y fraccionada.



**Figura 15.** Montaje de destilación fraccionada. [4]



**Figura 16.** a) Extracción del tapón de lana de vidrio de una columna de fraccionamiento con perlas, b) Aislamiento de la columna con lámina, c+d) Condensación en las perlas de una columna de fraccionamiento. [4]

### Consejos para el uso de una columna de fraccionamiento

Si se utiliza una columna de fraccionamiento empaquetada (el empaque puede ser perlas de vidrio, anillos Raschig, sillas de cerámica entre otros) a veces se inserta un tapón de lana de vidrio en la parte superior para que el empaque no se desacomode y salga de la columna.

Antes de usar la columna, retire este tapón ya que puede interferir con el paso de los vapores (Figura 16a). Si se utiliza una columna Vigreux, compruebe si hay marcas de vidrio roto (que podrían provocar una fuga en la columna).

El recipiente de destilación tendrá que ser calentado mucho más vigorosamente que con en el caso de una destilación simple, ya que hay una mayor distancia que los vapores deben viajar antes de llegar al condensador.

Los vapores tenderán a refluir en la columna (condensarse y gotear de vuelta al recipiente de destilación) a menos que se aplique un calentamiento más fuerte.

Una regla empírica es que el balón de destilación debe ser de 30°C más caliente que la parte superior de la columna para que el material ascienda por ella. Si es difícil lograr más que un reflujo, la columna puede ser aislada envolviéndola con lana de vidrio y luego con papel de aluminio (Figura 16b).

Este aislamiento permite que la columna mantenga el calor y que la muestra permanezca más tiempo en fase gaseosa. Se puede dejar un pequeño hueco en la lámina o en la lana de vidrio si se desea “ver” la actividad de la columna.

Idealmente, tanto el líquido como el gas deben ser vistos en la columna de fraccionamiento, ya que la muestra necesita pasar por muchos eventos de vaporización-condensación (Figura 16 c+d). Se deben ver gotas de líquido en las superficies del material de empaque, pero nunca por un gran charco de líquido.

Un “río” de líquido que sube por la columna se llama inundación (Figura 17). Si una columna se inunda, retire el calor hasta que el líquido drene de nuevo en el matraz de destilación, y luego vuelva a calentar a un ritmo más suave.



**Figura 17.** Inundación de una columna de fraccionamiento. [4]

### **Limpieza de una columna de fraccionamiento**

Después de realizar una destilación fraccionada es necesario asegurar la limpieza de la columna de fraccionamiento para evitar contaminación en las siguientes destilaciones o inclusive reacciones inesperadas o violentas si dos compuestos incompatibles se encuentran en la estructura de la columna de fraccionamiento

A continuación, se dan algunos consejos de limpieza para diferentes tipos de columnas de fraccionamiento

- Columna Vigreux: aclarar con acetona. No use un cepillo para fregar o las hendiduras del vidrio se pueden romper.
  - Columna de lana de acero. Enjuagar con grandes cantidades de acetona. No enjuague con agua, ya que el acero húmedo se oxida con el tiempo.
  - Columna de perlas de vidrio: enjuague con acetona, luego reemplace el tapón de lana de vidrio para evitar que las perlas se derramen en posición horizontal. Como alternativa, vacíe las perlas de vidrio para limpiarlas por separado. Sea delicado cuando utilice un cepillo para fregar en la columna de fraccionamiento, ya que hay hendiduras frágiles cerca de la junta inferior que pueden romperse.
- [4]

### 3. Métodos de extracción

La extracción es una de las operaciones básicas del laboratorio. Se define como la acción de separar con un líquido una fracción específica de una muestra, dejando el resto lo más íntegro posible. Se pueden realizar desde los tres estados de la materia, y se llaman de la siguiente manera: 1) Extracción sólido – líquido; 2) extracción líquido – líquido y 3) extracción gas – líquido. La primera es la más utilizada y es sobre la que trata este escrito de la extracción con el equipo Soxhlet. Como ejemplo se pueden citar todas las obtenciones de principios activos de los tejidos vegetales. La segunda tiene usos especialmente en química analítica cuando se extrae el producto de una reacción efectuada en fase líquida con un solvente específico para separar uno o algunos de los componentes. Por último, un ejemplo de la tercera, gas – líquido, que ordinariamente se llama ‘lavado de gases’, es el burbujeo por una fase líquida de un gas que se quiere lavar o purificar. El proceso de extracción de la mayoría de las sustancias tiene muy baja eficiencia, es decir una vez que se agrega el solvente, lo que está en contacto íntimo con lo extraíble se satura enseguida, por lo que hay que filtrar y volver a tratar con solvente fresco. Eso implica gran cantidad y mucha manipulación del solvente aparte de la atención personalizada que la operación requiere. Como muchas veces lo que se quiere recuperar es el extracto y no la muestra extraída, habrá que evaporar todo el solvente para recuperarlo. Por otro lado, estas tareas debieran realizarse en una campana espaciosa dado que los solventes se suelen utilizar calientes, es decir con una alta tensión de vapor. [5]

#### 3.1 Extracción Soxhlet

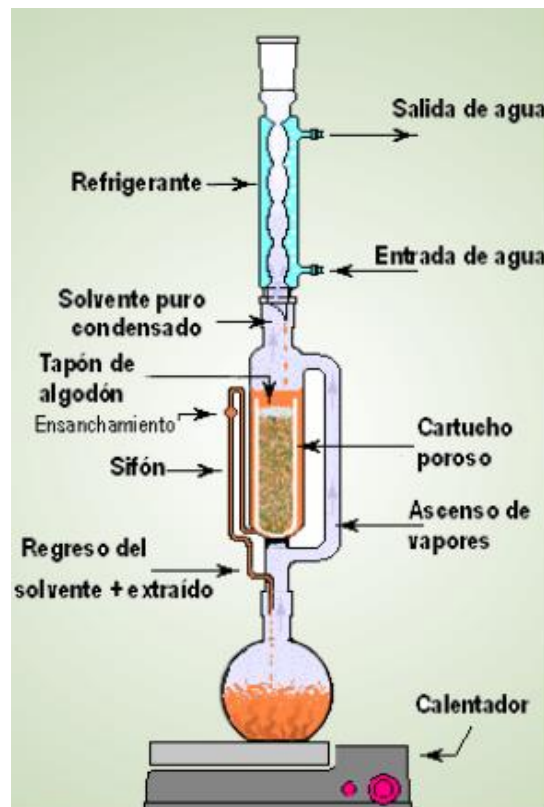
La extracción Soxhlet ha sido (y en muchos casos, continúa siendo) el método estándar de extracción de muestras sólidas más utilizado desde su diseño en el siglo pasado, y actualmente, es el principal método de referencia con el que se comparan otros métodos de extracción. Además de muchos métodos de la EPA (U.S. Environmental Protection Agency) y de la FDA (Food and Drugs



Administration) utilizan esta técnica clásica como método oficial para la extracción continua de sólidos.

Lo que hace el extractor Soxhlet es realizar un sinfín de extracciones de manera automática, con el mismo solvente que se evapora y condensa llegando siempre de manera pura al material.

La extracción Soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas: 1) colocación del solvente en un balón. 2) ebullición del solvente que se evapora hasta un condensador a reflujo. 3) el condensado cae sobre un recipiente que contiene un cartucho poroso con la muestra en su interior. 4) ascenso del nivel del solvente cubriendo el cartucho hasta un punto en que se produce el reflujo que vuelve el solvente con el material extraído al balón. 5) Se vuelve a producir este proceso la cantidad de veces necesaria para que la muestra quede agotada. Lo extraído se va concentrando en el balón del solvente.



**Figura 18.** Extracción con Soxhlet en el momento en que se produce el sifonamiento del solvente. [5]

A continuación, se tratará de explicar estas etapas de forma pormenorizada, realizando aclaraciones especiales cuando sean necesarias. Se debe auxiliar la lectura con la Figura 18 que se halla a la derecha.

**Preparación de la muestra.** La operación comienza por la preparación de la muestra. Cada sistema de trabajo tiene su manera de preparar la muestra. Con

frecuencia debe ser dividida en fragmentos de mayor o menor tamaño. Con esta muestra así alistada se carga el cartucho de extracción.

**Cartuchos:** Este cartucho consiste en un recipiente cilíndrico con base semiesférica para que apoye perfectamente en la base del equipo extractor y sea además más resistente. Los materiales más utilizados son el algodón prensado y la porcelana porosa (Los cartuchos se pueden fabricar de forma casera de varias maneras. Una forma es cosiendo una tela resistente de manera de formar un cartucho), Figura 18. Los primeros son más económicos, pero menos durables. Los de porcelana, además, se pueden lavar periódicamente con mezcla sulfocrómica. Los de algodón se van contaminando con el tiempo con los extractivos. En el caso de sustancias que contienen taninos, como la madera y muchos otros vegetales, van quedando marrón rojizo. Es conveniente lavarlos con un solvente de polaridad distinta con el que se mancharon. En el caso de hidrocarburos agua o alcohol. Los cartuchos se llenan hasta la mitad o un poco más y en lo posible no es conveniente comprimir demasiado la muestra para que no se vea impedida la difusión. La cantidad de muestra se lo condiciona el tamaño del cartucho y este el del extractor. Es por eso que existen varios tamaños de soxhlet, y es conveniente antes de comenzar a trabajar definir cuál es la medida que se requiere. El cartucho se debe cerrar, para que la muestra no salga, hacia el solvente.



**Figura 19.** Cartucho de alúmina. [5]

**Colocación del solvente:** La cantidad de solvente debe ser la necesaria para que al ascender al cartucho y antes de que se haga la sifonada, no quede seco el balón inferior porque de esa manera, o se seca la muestra y se quema, o cuando caiga el líquido de la sifonada sobre el vidrio recalentado se puede producir una explosión de los vapores con el consiguiente riesgo de accidente. Si la cantidad a agregar no está estipulada en la norma, se carga el solvente desde arriba, lentamente, para que vaya cubriendo el cartucho y luego produzca el rechupe. Esta es la cantidad mínima. Pero como durante la operación hay pérdida del solvente por evaporación, y además debe quedar una cantidad mínima en el balón para que no se concentre el extracto demasiado, hay que agregar por lo menos una cantidad semejante en exceso.

**Solventes a utilizar:** Si se sigue una norma o técnica obviamente que el solvente estará indicado. Pero con frecuencia, particularmente en los laboratorios de investigación, se suelen realizar extracciones no normalizadas. Por eso es conveniente saber el rango de estas sustancias que se pueden utilizar en el extractor soxhlet. La experiencia que se posee es que hay una temperatura máxima y mínima de ebullición en la que el equipo funciona adecuadamente. En el extremo inferior se encuentra el diclorometano (cloruro de metilo) que se utiliza para la extracción de grasas y resinas de manera selectiva. Este solvente tiene un punto de ebullición de 40 °C muy cercano a la temperatura ambiente particularmente en los climas cálidos. Cuando se efectúa una extracción con el agua de refrigeración a 26°C, se pierde más de la mitad del solvente. Con respecto al extremo superior hay que decir que para la cantidad de energía limitada que generan los calentadores eléctricos comunes, a medida que aumenta el punto de ebullición disminuye significativamente el caudal de solvente que se evapora y por ende la velocidad de extracción.

Otra característica importante en cuanto al tipo de solventes es que los de carácter no polar suelen tener alguna dificultad en sifonar puesto que no mojan el vidrio. Ello es frecuente con los derivados clorados como el diclorometano y el cloroformo y los hidrocarburos superiores al hexano. En los casos en los que se utiliza mezcla de solventes, como en la extracción de la madera, es imprescindible trabajar con mezclas azeotrópicas porque de otra manera la extracción sería heterogénea en cuanto a la composición del solvente. En el caso citado se utiliza dos partes de benceno y una de etanol que es prácticamente la del azeótropo, 67,6% y 32, 4% respectivamente.

**Calentamiento:** Es corriente utilizar calentadores eléctricos de esos llamados múltiples, como el que se ve en la Figura 20, que además poseen reóstatos para variar el tiempo en el que las resistencias están encendidas. Habitualmente tienen varios puntos. En el primero las resistencias están casi todo el tiempo apagadas y en el último no cortan nunca. La práctica habitual es que al inicio de la operación se pongan en máximo para llevar el equipo a régimen, esto es el punto indicado como 'MAX' o 'Hi' por la abreviatura de high en inglés, para luego ir regulándolo en función de la velocidad de extracción que pida la norma o requiera la operación. Dichas normas suelen pedir un número de sifonadas por hora. Con las calidades de vidrio borosilicato actuales no hace falta colocar un disipador de calor (plancha de amianto) entre el calentador y el balón salvo que se trabaje con mechero de gas. Con alguna frecuencia sucede que al comienzo de la evaporación el solvente se sobrecalienta y posteriormente produce una evaporación explosiva que hace que gran cantidad de vapores lleguen al refrigerante que no da abasto en la condensación. Inclusive puede darse que, si el equipo no está bien sujeto en los dos lugares necesarios, es decir en el balón y en el extractor, salte la parte superior y escapen vapores calientes del solvente, circunstancia que puede ser peligrosa. Si lo que se va a utilizar es el residuo sólido se pueden colocar núcleos de evaporación en el balón como trozos de porcelana porosa o piedra pómez.



**Figura 20.** Calentador múltiple con seis equipos de extracción. [5]

**Refrigeración:** En la Figura 20 se puede observar la importancia de la ubicación de las mangueras puesto que, en este caso, al haber seis refrigerantes habrá doce conexiones de agua. Las conexiones se pueden realizar en serie o en paralelo. La conexión en serie es más práctica, usa menos manguera y requiere de una sola canilla y un solo desagüe. Su única limitación es el aumento de la temperatura del agua de refrigeración a medida que el mismo líquido pasa de un refrigerante al otro, y un defecto es que el sistema queda como un todo y si se saca un equipo hay que acomodar las mangueras de nuevo. En el sistema en paralelo o individual cada equipo tiene su entrada y salida de agua independiente, por lo que se requerirán más canillas y más desagües, aunque se puede instalar un sistema de canilla con varias salidas y un colector de efluentes. El flujo de agua debe regularse para utilizar solamente lo necesario, dado que el consumo es muy alto, particularmente en el caso de que se use agua potable de la canilla.

**Operación de extracción:** (Es conveniente auxiliarse con la figura 18) Una vez que el equipo está armado, abierta el agua el refrigerante, cargado el cartucho con muestra e introducido el solvente, sólo resta encender el calentador y comenzar la operación. Llegada la temperatura a la de ebullición del solvente éste comienza a evaporarse y, luego de que calienten las paredes del equipo, comienza a condensar en el refrigerante y a caer en forma de gotas sobre el cartucho. La primera operación es totalmente atípica y no debe contabilizarse en el recuento que se hace para regular la velocidad de extracción como suelen pedir las normas. A medida que el condensado va cayendo sobre el cartucho este comienza a escurrir por la parte inferior del mismo llenando el recipiente de extracción hasta que llega al nivel de la bajada del sifón y rechupa, con todo el material disuelto, hacia el balón inferior. El tope del sifón está por encima del cartucho para asegurar que todas las veces el material a extraer quede embebido en el solvente.

**Culminación de la operación:** Una vez que se ha dado por terminada la operación de extracción, es conveniente esperar un cierto tiempo para que el sistema se enfría

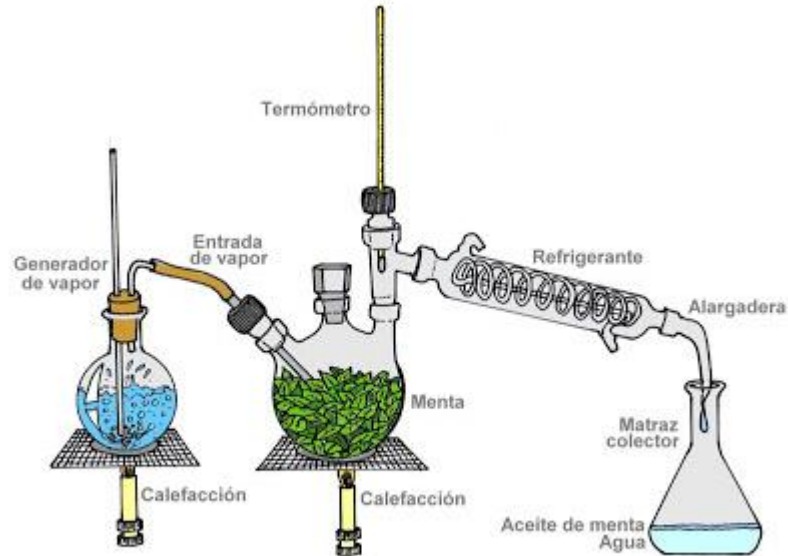
hasta que sea fácil manipularlo. A continuación, no hay que olvidarse de cerrar el agua de refrigeración para no realizar consumo innecesario. Después se desarma el equipo y se extrae el cartucho que está saturado de solvente y se coloca en un sitio aireado o en la campana para que se seque la muestra. La extracción de la muestra del cartucho húmedo puede ocasionar su deterioro. Si es necesario se deberá enjuagar el extractor para que quede listo para la próxima vez. Y con esto se da por terminada la operación de extracción. [5]

### **3.2 Extracción por arrastre con vapor**

El agua es uno de los solventes por excelencia, y los primeros intentos para realizar extracciones se hicieron con este solvente. Uno de los primeros intentos de extraer la esencia de las plantas fue poner en contacto estas con agua caliente, pero la dificultad de separar después los materiales hizo que se buscasen nuevas alternativas. Posteriormente se ideó colocar las plantas en un recipiente superior para que el vapor formado en la parte inferior lo atravesase y posteriormente fuese condensado en un serpentín, así surgió el alambique para extracciones de aromas y esencias (Figura 4).

Con la revolución industrial, la necesidad de producir extractos en proporciones más grandes que los métodos artesanales pudieran alcanzar hizo que estos métodos fueran adaptados a la escala industrial con buenos resultados. Así que del alambique se pasó a un extractor donde se coloca el material vegetal y se pone en contacto con el vapor generado en un calderín anexo o una caldera, para después llevar ese vapor a un condensador, y recogido en un tanque de decantación, donde saldrían el aceite esencial y el agua por aparte.

La extracción funciona gracias a que, cuando el vapor entra en contacto con el material vegetal, hace que los compuestos aromáticos, que generalmente poseen un punto de ebullición más bajo que el agua, se vaporicen y sean arrastrados junto con el vapor hasta el condensador, donde se condensan junto con el vapor de agua. También la temperatura del vapor hace que las células y las estructuras vegetales se rompan y liberen más compuestos esenciales. Esta técnica funciona para extraer aceites esenciales en general, pero no para aislar un compuesto determinado. Además, pueden encontrarse algunos compuestos que puedan degradarse con la temperatura del vapor. Así que a medida que la industria de los aceites esenciales su fue especializando, el arrastre con vapor ha sido dejado de lado a favor de tecnologías que funcionen a menor temperatura y pueda extraerse la mayor cantidad de compuestos esenciales (Figura 5).



**Figura 21.** Montaje de extracción por arrastre con vapor.

Es necesario anotar que en este proceso se obtienen en realidad dos productos, uno es el aceite esencial, que ha sido el de interés general por mucho tiempo, pero la fase acuosa que se condensa y que muchas veces se recircula al calderín para reutilizar el agua, también puede contener sustancias odoríferas y de interés, a este producto se le conoce como hidrosol y existen algunos hidrosoles que son de interés en la industria de aromas, bien sea como ingrediente o como precursores de otras clases de productos.

Es necesario controlar la cantidad de vapor necesaria para realizar la extracción, ya que, si se utiliza una cantidad muy grande, esta se condensará al final del proceso y puede generar que no se evidencie una separación física de fases, dificultando la posterior extracción del aceite esencial. Un método para subsanar este problema es la recirculación del agua al calderín o generador de vapor, pero si también se tiene interés en el hidrosol correspondiente, este puede verse degradado al ser expuesto a las temperaturas del calderín.

Si al montaje se le conecta una línea de operación al vacío, se puede realizar la operación de extracción a presiones de vacío, de manera similar a una destilación al vacío, permitiendo que el agua genere vapor a temperaturas menores a la temperatura normal de ebullición a las condiciones ambientales. Esto también permite proteger sustancias termolábiles que pueden ser de interés, pero a su vez aumenta el costo de la operación.

#### Ventajas

- Fácil montaje y operación, bajo costo debido al uso de agua en lugar de solventes.

- La cantidad de vapor a utilizar en operaciones industriales se puede controlar fácilmente
- La temperatura de extracción siempre va a ser menor o igual que la temperatura de ebullición del agua a condiciones ambientales.
- Pueden obtenerse dos productos de la extracción, el aceite esencial y el hidrosol, cuya composición dependerá de la solubilidad de los compuestos en agua.

#### Desventajas

- No todos los extractos se pueden obtener por medio de arrastre con vapor.
- Si el producto de interés es de bajo costo, el tiempo de amortización del capital necesario para el montaje a escala industrial puede ser muy largo
- No es una técnica de separación específica, se extrae toda sustancia volátil en el rango de temperatura de operación, esto puede incluir pesticidas o sustancias indeseadas
- No sirve para obtener todo tipo de sustancias (por ejemplo, resinas). [6]

Es el método más usado; en este proceso el vapor saturado o sobrecalentado generado en un hervidor o caldera entra en contacto con el material el cual se encuentra en otro recipiente. El vapor rompe los tricomas donde se encuentran localizados los compuestos volátiles en la planta y la mezcla vapor-aceite esencial es arrastrada hasta un condensador; generalmente de tubos y coraza. Con el uso de agua de enfriamiento se logra la condensación de los vapores extraídos que por lo general produce una emulsión líquida inestable. La mezcla aceite-agua se separa en un decantador dinámico o florentino, donde el aceite esencial se va acumulando en una fase líquida diferente debido a su inmiscibilidad en el agua, y a la diferencia de densidades. Este recipiente posee un desprendimiento lateral, por el cual el agua es removida constantemente por rebose para favorecer la acumulación del aceite. El vapor de agua condensado que también se recoge junto con el aceite es llamado hidrolato. Este líquido tiene una pequeña concentración de los compuestos solubles del aceite esencial, lo cual le otorga un ligero aroma similar al aceite obtenido y se puede considerar como un subproducto potencialmente valioso del proceso. Existen florentinos para aceites menos y más densos que el agua. [7]



**Figura 22.** Montaje de extracción por arrastre con vapor de la Maestría en Ciencias Químicas. Fuente propia.

#### **4. Montajes de la Maestría en Ciencias Químicas**

La maestría en Ciencias Químicas tiene como objetivo formar profesionales que posean un conjunto de conocimientos que le permitan comprender y desempeñar los procesos industriales y simultáneamente la solución de los problemas ambientales generados. Además, estará capacitado para realizar investigación aplicada encaminada a desarrollar y fortalecer las tecnologías apropiadas en los campos afines a la ciencia química. [7] Por esta razón realiza prácticas de laboratorio en las cuales se utilizan diferentes montajes de extracción, que se darán a conocer a continuación:

##### **4.1. Montaje Extracción – Destilación simultánea Likens – Nickerson**

El denominado DES es un procedimiento de destilación y extracción simultánea en el cual sustancias volátiles se transfieren desde un medio acuoso hacia un medio solvente orgánico no miscible al agua. Este proceso no requiere contacto entre el solvente orgánico y la muestra tratada, evitándose la extracción de sustancias indeseables del medio tratado. Este tipo de equipos no permite trabajar a escala preparativa, ni la alternancia de operación bajo presión reducida y condiciones atmosféricas, o en continuo. El equipo no es versátil para procesos que requieren condiciones variables.



El solvente empleado puede ser más o menos denso que el agua, y se prefieren los hidrocarburos alifáticos, alifáticos halogenados, alicíclicos, aromáticos, entre los que se destacan: diclorometano, pentano, iso-octano, tolueno, tricloroetano y dietiléter.

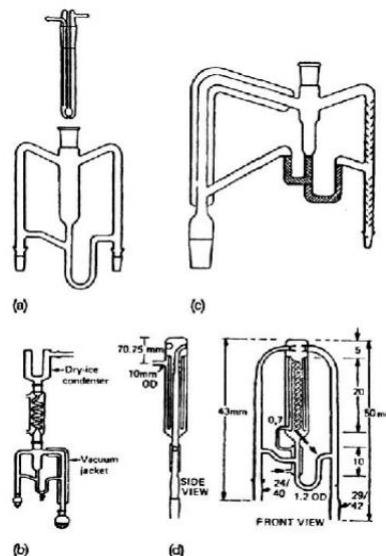
Cuando la sustancia a extraer va a ser consumida se puede usar el limoneno, o el alfa y beta-pineno como solvente.

Aplicaciones particulares de este sistema son el aislamiento de mezclas aromáticas de extractos de café o la extracción de benzaldehído a partir del agua tratada con almendras, por ejemplo, el albaricoque.

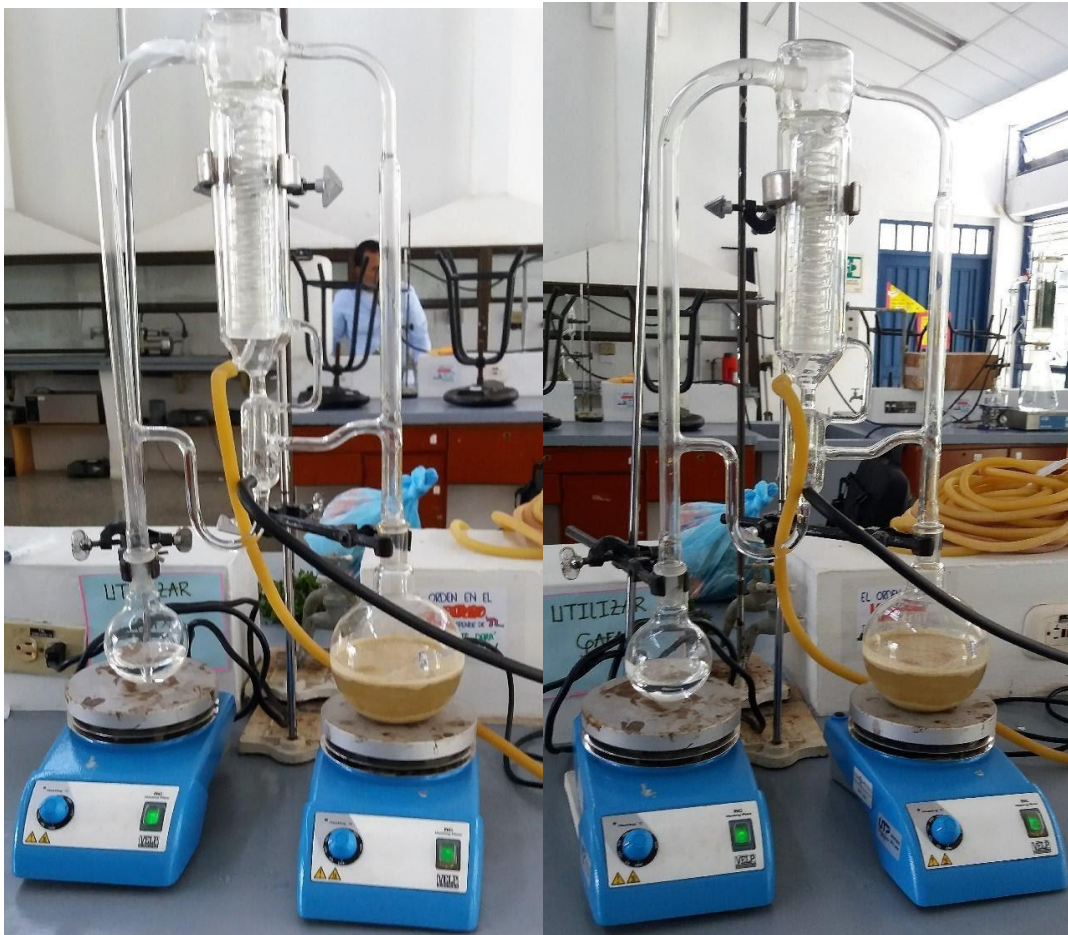
Ventajas del sistema:

- Una sola operación extrae y concentra los AE.
- Se requieren pequeñas cantidades del solvente
- La recuperación de los componentes volátiles es generalmente alta
- El sistema se puede operar a presión reducida (dependiendo el diseño del equipo) evitando así la descomposición térmica de los compuestos

El sistema empleado en esta extracción se conoce como Likens-Nickerson y existen varias modificaciones de acuerdo a si la sustancia a extraer es más o menos densa que el agua. Para el caso de la figura 24 parte (a). La muestra se coloca junto con el agua en un balón y se lleva a ebullición, al mismo tiempo un solvente no miscible en agua ebulle en un segundo balón, los vapores de ambos balones se condensarán juntos, mezclándose entre sí, posteriormente los solventes se separan en dos fases y retornaran a sus respectivos balones. La parte (b) de la figura corresponde a una modificación de la (a) (para sustancias menos densas que le agua) y la (d) a una modificación de la (b) el cual se emplea para extraer sustancias más densas que el agua. [8]



**Figura 23.** Varias Modificaciones del aparato DES. [9]

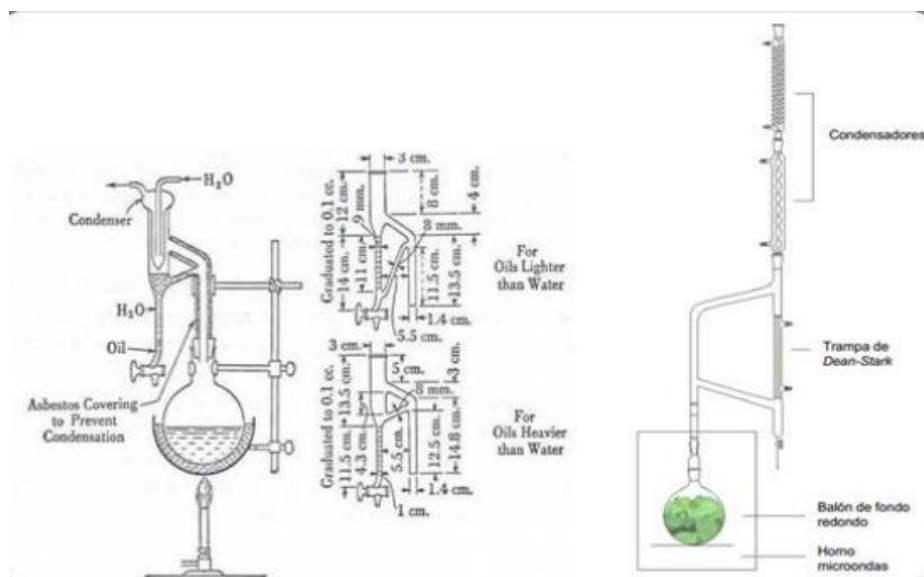


**Figura 24.** Montaje de extracción- destilación simultanea Likens - Nickerson de la Maestría en Ciencias Químicas. Fuente propia.

#### **4.2. Montaje de Hidrodestilación**

En este método, el material a extraer está completamente sumergido en agua, la cual es calentada hasta ebullición, bien sea a través de fuego directo o a través de algún método de calefacción (chaquetas o serpentines de vapor o resistencias eléctricas). La característica principal de este proceso es el contacto directo entre el agua en ebullición y el material. Es necesario mantener una agitación constante en este proceso, pues se puede generar acumulación de material sólido en el fondo y este degradarse térmicamente, lo que afectara la calidad del extracto obtenido. También es necesario determinar a través de ensayos de laboratorio si es necesaria la disminución del tamaño de partícula del material a trabajar, lo cual es una de las grandes ventajas de este proceso, ya que permite trabajar tamaños de

partícula pequeños sin el inconveniente de la generación de caminos por los cuales, en el caso de la destilación con arrastre de vapor, se pueden generar si el material es muy fino. En este caso, el material se dispersa en el agua y se mantiene disperso bien sea por agitación mecánica o por el mismo movimiento generado por la ebullición del agua. No se han realizado modificaciones significativas al proceso original y básico, por lo cual, las mayores modificaciones en los diseños han sido de carácter mecánico, buscando ese mayor contacto y que la materia prima sea calentada lo más rápidamente posible. El mayor inconveniente de este proceso es su condición de semicontinuo, las modificaciones industriales recientes han sido enfocadas a establecer un proceso continuo. El más conocido es el equipo Clevenger [10] usado en muchos laboratorios y considerado en varios estándares internacionales como el más adecuado para la determinación del contenido total del aceite esencial de una planta aromática. Está compuesto de un matraz redondo o balón de vidrio, donde se deposita la materia prima molida y una cantidad conocida de agua pura. Se le calienta constantemente, el aceite esencial con el agua presente se evapora continuamente. Un condensador va acoplado al matraz y una conexión en forma de D, permite acumular y separar el aceite esencial de la mezcla condensada. Las ventajas de este equipo son su simplicidad y flexibilidad para trabajar con aceites de diferente densidad y naturaleza. Las desventajas radican en la incapacidad de usar los resultados obtenidos para un escalado, porque el material vegetal no forma un lecho fijo, sino está en contacto permanente con el agua; lo cual, no responde al tipo de hidrodestilación industrial empleado comúnmente. Además, el hecho de estar molido genera que el aceite se encuentre disponible para su vaporización y “arrastre”, lo cual no ocurre a mayores escalas, en la (figura 26) se puede observar un Equipo Clevenger en vidrio Pyrex, el cual se encuentra en la Escuela de Química y es utilizado en las prácticas de la Maestría en Ciencias Químicas. [11]



**Figura 25.** Equipo Clevenger en vidrio Pyrex [10]



**Figura 26.** Montaje de hidrodestilación con equipo Clavenger de la Maestría en Ciencias Químicas. Fuente propia.

Monte el equipo que se muestra en la Figura 29. Coloque en el balón, hasta aproximadamente un cuarto o un tercio de su volumen, el material que va a extraer, cortado en trozos pequeños (molido o triturado si se trata de semillas). Agregue agua destilada hasta la mitad del balón y coloque cuerpos de ebullición. Monte el balón en una plancha o manta de calentamiento, ajustando con fibra de vidrio si es necesario y sosténgalo con unas pinzas. Coloque con cuidado la trampa de Clavenger, engrasando ligeramente las juntas esmeriladas, y sostenga con otras pinzas la boca que lleva el refrigerante. Coloque las mangueras al refrigerante y colóquelo, engrasando ligeramente la unión, y ayude a sostenerlo con otras pinzas. Conecte la plancha o manta de calentamiento al toma corriente y encienda para

comenzar a calentar cuidadosamente hasta ebullición. Asegúrese que el reflujo es el adecuado. El aceite se va separando en la bureta de la trampa. Suspenda el reflujo cuando considere que ha sido suficiente. Deje enfriar un poco el aparato y recoja el aceite en un matraz Erlenmeyer de 50 ml, séquelo con sulfato de sodio anhidro y viértalo a un vial.

Uno de los parámetros críticos es el calentamiento. Este debe ser uniforme para evitar generar zonas calientes o hotspots que quemarían el material que se está extrayendo.

Para asegurar el calentamiento uniforme del material se pueden emplear diferentes estrategias como mantas de calentamiento, sistemas de agitación mecánicos o magnéticos y el simple movimiento del material generado por la ebullición del solvente.

Otro aspecto importante para tener en cuenta es la condensación de los vapores. Debido a la alta volatilidad de varios compuestos de interés es necesario que el sistema de refrigeración sea eficiente para evitar la pérdida de volátiles.

Esto se puede lograr aumentando la longitud del condensador, que en el caso de montajes de laboratorio son condensadores rectos de vidrio o en el caso de aplicaciones industriales son condensadores de tubos concéntricos hechos con materiales como cobre o acero para facilitar la remoción de calor.

La capacidad de condensación también puede mejorarse aumentando el flujo de líquido de enfriamiento. En aplicaciones industriales es posible realizar el cálculo de la cantidad mínima de líquido de refrigeración necesario para condensar una cantidad determinada de vapor generado en el recipiente de extracción.

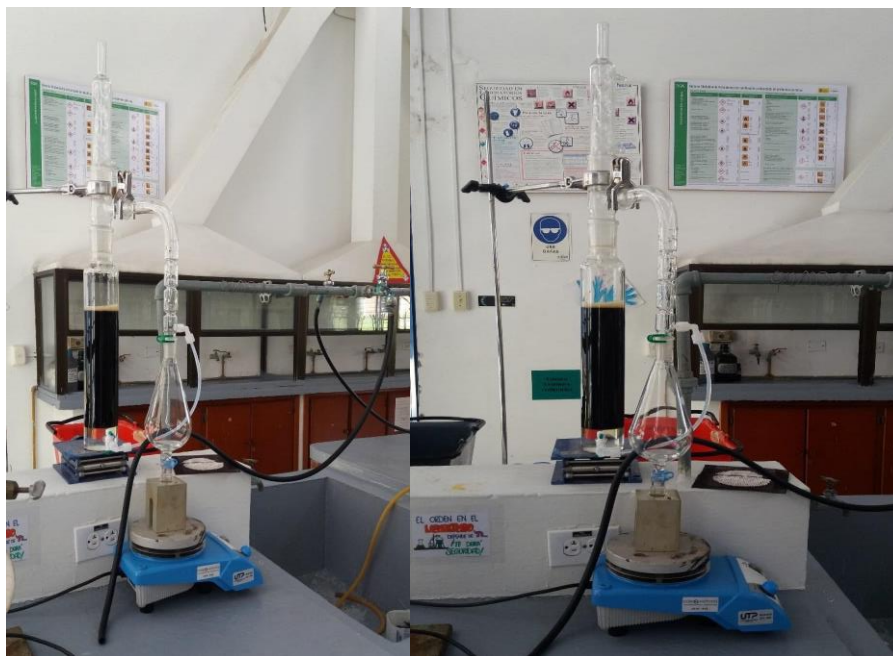
A nivel laboratorio se pueden emplear sistemas cerrados de agua de refrigeración que permite la circulación de líquido a temperaturas inferiores a las del ambiente, aumentando la diferencia de temperatura y, por lo tanto, la remoción del calor del sistema.

También es posible el uso de mezclas refrigerantes y criogénicas que permiten la condensación de compuestos altamente volátiles. [12]

### **Recomendaciones de seguridad**

Se debe tener cuidado con las áreas calientes del montaje de hidrodestilación y con el vapor de agua generado. En todo momento se deben utilizar los elementos de seguridad básicos en el laboratorio de química (bata de laboratorio, guantes, gafas de seguridad y demás que sean exigidos por las normas internas, locales o nacionales. Los residuos generados por la practica deben ser dispuestos de manera adecuada según las normas de laboratorio y las normas locales y nacionales respectivas. [13]

### 4.3. Montaje Extracción Líquido – Líquido continua



**Figura 27.** Montaje Extracción Líquido – Líquido continua de la Maestría en Ciencias Químicas. Fuente propia.

## 5. Montaje de síntesis

La **síntesis orgánica** es la composición diseñada de moléculas orgánicas mediante reacciones químicas. Frecuentemente las moléculas orgánicas pueden tener mayor complejidad comparadas con los compuestos puramente inorgánicos. La síntesis de compuestos orgánicos se ha convertido en uno de los ámbitos más importantes y reconocidos de la química orgánica. El montaje más conocido para la síntesis es el reflujo. [14]

### 5.1 Montaje de Reflujo

El **reflujo** es una técnica de laboratorio experimental, que viene usada para producir el calentamiento de reacciones que tienen lugar a temperaturas más altas que la temperatura ambiente y en las que es mejor mantener un **volumen constante** en la reacción.

El montaje del reflujo en un laboratorio nos permite la realización de procesos químicos usando una temperatura bastante superior a la temperatura ambiente, como es el caso, por ejemplo, de las reacciones de recristalización, u otras, en las cuales, a través de este mecanismo se puede evitar perder disolvente en el transcurso del proceso, y por lo tanto, sin que se libere éste a la atmósfera.



**Figura 28.** Montaje de reflujo. [15]

El procedimiento de reflujo inicia con el acoplamiento de un balón que contenga la reacción a tratar, a una de las bocas del tubo refrigerante del reflujo. Según va produciéndose el calentamiento del matraz, la temperatura también aumenta con lo que se produce la evaporización del disolvente. Dichos vapores ascienden poco a poco por el cuello del balón, hasta llegar al tubo refrigerante, donde tiene lugar la condensación de éstos, debido a la acción que produce el agua fría que se encuentra circulando por el exterior del tubo, para seguidamente, volver de nuevo al balón. Esto provoca un reflujo continuado de disolvente, el cual se mantiene constante en la reacción, en cuando a su volumen se refiere.

Si consideramos solamente el proceso continuo de evaporación que tiene lugar, y la posterior condensación del disolvente en el tubo de refrigeración que se coloca en el dispositivo del experimento, podemos decir que se trata de un reflujo. La técnica de reflujo es utilizada en la mayoría de las reacciones químicas realizadas en un laboratorio que precisan un calentamiento, lo que quiere decir, precisan llegar a la temperatura normal en la cual el disolvente en cuestión entra en ebullición, siendo dicha temperatura algo superior en la mezcla que en el disolvente.

Para poder asegurar un buen enfriamiento por parte del refrigerante, el agua que usemos debería entrar por la boca que se sitúa en la parte inferior del tubo refrigerante, y a la vez, salir por la parte superior de éste, siguiendo siempre, un flujo constante y moderado, de manera que en todo momento la camisa del refrigerante se encuentre llena de agua en movimiento.

El reflujo es útil para evitar que se pierda disolvente a través de la evaporación, y es de gran utilidad saber, que un balón que contenga una reacción, no puede ser calentado si éste se encuentra cerrado, pues la sobrepresión a la que se sometería, lo haría explotar.

Frecuentemente, las reacciones necesitan una atmósfera de tipo seca. Cuando esto es necesario, se añade a la boca superior del tubo refrigerante, un tubo acodado con cloruro cálcico, lo que evitará, gracias a su carácter higroscópico, la entrada del agua al reactor desde la atmósfera. En casos como éste, es necesario asegurarse de que el tubo utilizado permita que el aire pase para que así no tengan lugar las sobrepresiones.

Son dos, los tipos de refrigerantes más utilizados para los reflujos: los reflujos de bolas (los más utilizados) y los reflujos de serpentín, que reciben también el nombre de refrigerantes de Graham. Sin embargo, los disolventes que tienen un punto de ebullición muy bajos (ejemplo: éter dietílico, pentano, diclorometano, etc.), es bueno usar refrigerantes tipo serpentín pues dan un buen enfriamiento. [15]



## BIBLIOGRAFIA

- [1] Montaje para determinación de punto de fusión. Consultado Jueves 30 de abril de 2020. <https://quimicafacil.net/manual-de-laboratorio/metodo-de-thiele/>
- [2] Montaje para determinación de punto de ebullición. Consultado Jueves 30 de Abril de 2020. <https://quimicafacil.net/manual-de-laboratorio/punto-de-ebullicion-siwoloboff/>
- [3] Montaje destilación simple. Consultado Consultado Jueves 30 de abril de 2020. <https://quimicafacil.net/tecnicas-de-laboratorio/montaje-de-destilacion-simple/>
- [4] Montaje destilación fraccionada. Consultado Consultado Lunes 4 de mayo de 2020. <https://quimicafacil.net/tecnicas-de-laboratorio/montaje-y-operacion-destilacion-fraccionada/>
- [5] Núñez, Carlos Eduardo, EXTRACCIONES CON EQUIPO SOXHLET. Texto libre y gratis para usos no lucrativos nombrando la fuente. <http://cenunez.com.ar/archivos/39-ExtraccinconequipoSoxhlet.pdf>
- [6] BOHORQUEZ CUELLO, JOSE LEONARDO. Optimización del proceso de fabricación de aceites a base de plantas, mediante la implementación de un equipo de destilación asistido por microondas, en el laboratorio de microbiología de investigación de la universidad de sucre. Universidad de sucre facultad de Ingeniería. Programa tecnología en electrónica. Sincelejo-sucre. 201 pág. 38-41.
- [7] Maestría en Ciencias Químicas. Consultado el jueves 7 de mayo de 2020. <https://tecnologias.utp.edu.co/maestrias/ciencias-quimicas/objetivos.html>
- [8] CASTELLANOS GÓMEZ, MARIA ANGELICA. Determinación de los compuestos volátiles en *pentacalia vaccinioides*, su estudio antioxidante y antimicrobiano. Maestría en ciencias biológicas. Pontificia universidad javeriana facultad de ciencias. Departamento de química. Bogotá, 2014. Bogotá D.C.
- [9] Schreier P (1984) Chromatographic Studies of Biogenesis of Plant Volatiles. Huthig, New York.
- [10] Güenther E (1948) The Essential Oils. Volume I: History – rigin in plants production – análisis, Litton Educational. New York pp. 241-244.
- [11] RODRÍGUEZ ÁLVAREZ Margarito, ALCARAZ MELÉNDEZ Lilia, REAL COSÍO Sergio Manuel, procedimientos para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas.p.15.
- [12] Montaje de Hidrodestilación. Consultado Miércoles 6 de mayo de 2020. <https://quimicafacil.net/tecnicas-de-laboratorio/hidrodestilacion/>

[13] Montaje de Hidrodestilación. Consultado Miércoles 6 de mayo de 2020.  
<https://quimicafacil.net/manual-de-laboratorio/aceites-esenciales-hidrodestilacion/>

[14] Síntesis orgánica. Consultado Jueves 7 de mayo de 2020.  
<https://sites.google.com/site/loshidrocarburos/5-compuestos-organicos-de-sintesis>

[15] Montaje de Reflujo. Consultado Jueves 7 de mayo de 2020.  
<https://quimica.laguia2000.com/quimica-organica/reflujo>